

TRAITÉ DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION DE L'ENREGISTREMENT
D'UN CHANGEMENT(règle 92bis.1 et
instruction administrative 422 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
Rhodia Services
Direction de la Propriété
Industrielle
Centre de Recherches de Lyon
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons
FRANCE

Date d'expédition (jour/mois/année) 21 mars 2001 (21.03.01)	
Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075	NOTIFICATION IMPORTANTE
Demande internationale no PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28 juin 2000 (28.06.00)

1. Les renseignements suivants étaient enregistrés en ce qui concerne:

☒ le déposant ☐ l'inventeur ☐ le mandataire ☐ le représentant commun

Nom et adresse RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES 25, quai Paul Doumer F-92408 Courbevoie Cedex FRANCE	Nationalité (nom de l'Etat) FR	Domicile (nom de l'Etat) FR
	no de téléphone 01 47 68 12 34	
	no de télécopieur 01 47 68 19 11	
	no de téléimprimeur	

2. Le Bureau international notifie au déposant que le changement indiqué ci-après a été enregistré en ce qui concerne:

☐ la personne ☒ le nom ☐ l'adresse ☐ la nationalité ☐ le domicile

Nom et adresse RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES 25, quai Paul Doumer F-92408 Courbevoie Cedex FRANCE	Nationalité (nom de l'Etat) FR	Domicile (nom de l'Etat) FR
	no de téléphone 01 47 68 12 34	
	no de télécopieur 01 47 68 19 11	
	no de téléimprimeur	

3. Observations complémentaires, le cas échéant:

4. Une copie de cette notification a été envoyée:

<input checked="" type="checkbox"/> à l'office récepteur	<input type="checkbox"/> aux offices désignés concernés
<input type="checkbox"/> à l'administration chargée de la recherche internationale	<input checked="" type="checkbox"/> aux offices élus concernés
<input checked="" type="checkbox"/> à l'administration chargée de l'examen préliminaire international	<input type="checkbox"/> autre destinataire:

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé: H. Zhou no de téléphone (41-22) 338.83.38
---	---

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION DE L'ENREGISTREMENT
D'UN CHANGEMENT(règle 92bis.1 et
instruction administrative 422 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
Rhodia Services
Direction de la Propriété
Industrielle
Centre de Recherches de Lyon
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons
FRANCE

Date d'expédition (jour/mois/année) 26 mars 2001 (26.03.01)	
Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075	NOTIFICATION IMPORTANTE
Demande internationale no PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28 juin 2000 (28.06.00)

1. Les renseignements suivants étaient enregistrés en ce qui concerne:

☒ le déposant ☐ l'inventeur ☐ le mandataire ☐ le représentant commun

Nom et adresse

RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES
25, quai Paul Doumer
F-92408 Courbevoie Cedex
FRANCE

Nationalité (nom de l'Etat)

FR

Domicile (nom de l'Etat)

FR

no de téléphone

01 47 68 12 34

no de télécopieur

01 47 68 19 11

no de téléimprimeur

2. Le Bureau international notifie au déposant que le changement indiqué ci-après a été enregistré en ce qui concerne:

☐ la personne ☒ le nom ☒ l'adresse ☐ la nationalité ☐ le domicile

Nom et adresse

RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES
Avenue Ramboz
F-69190 Saint-Fons
FRANCE

Nationalité (nom de l'Etat)

FR

Domicile (nom de l'Etat)

FR

no de téléphone

01 47 68 12 34

no de télécopieur

01 47 68 19 11

no de téléimprimeur

3. Observations complémentaires, le cas échéant:

4. Une copie de cette notification a été envoyée:

☒ à l'office récepteur ☐ aux offices désignés concernés
☐ à l'administration chargée de la recherche internationale ☒ aux offices élus concernés
☒ à l'administration chargée de l'examen préliminaire international ☐ autre destinataire:

Bureau international de l'OMPI
34, chemin des Colombettes
1211 Genève 20, Suisse

no de télécopieur (41-22) 740.14.35

Fonctionnaire autorisé:

Fiona DOHERTY

no de téléphone (41-22) 338.83.38

TRAITE L - COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION D'ELECTION

(règle 61.2 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

Commissioner
 US Department of Commerce
 United States Patent and Trademark
 Office, PCT
 2011 South Clark Place Room
 CP2/5C24
 Arlington, VA 22202
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE
 en sa qualité d'office élu

Date d'expédition (jour/mois/année) 09 mars 2001 (09.03.01)	Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075
Demande internationale no PCT/FR00/01809	Date de priorité (jour/mois/année) 29 juin 1999 (29.06.99)
Date du dépôt international (jour/mois/année) 28 juin 2000 (28.06.00)	
Déposant FELIX, Albert etc	

1. L'office désigné est avisé de son élection qui a été faite:

☒ dans la demande d'examen préliminaire international présentée à l'administration chargée de l'examen préliminaire international le:

24 janvier 2001 (24.01.01)

☐ dans une déclaration visant une élection ultérieure déposée auprès du Bureau international le:

2. L'élection ☒ a été faite

☐ n'a pas été faite

avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou, lorsque la règle 32 s'applique, dans le délai visé à la règle 32.2b).

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur: (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé Kiwa Mpay no de téléphone: (41-22) 338.83.38
--	---

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

NOTIFICATION DE L'ENREGISTREMENT
D'UN CHANGEMENT(règle 92bis.1 et
instruction administrative 422 du PCT)

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
Rhodia Services
Direction de la Propriété
Industrielle
Centre de Recherches de Lyon
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons
FRANCE

RECU - 2 AVR. 2001

Date d'expédition (jour/mois/année) 26 mars 2001 (26.03.01)	NOTIFICATION IMPORTANTE
Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075	
Demande internationale no PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28 juin 2000 (28.06.00)

1. Les renseignements suivants étaient enregistrés en ce qui concerne:

☒ le déposant ☐ l'inventeur ☐ le mandataire ☐ le représentant commun

Nom et adresse

RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES
25, quai Paul Doumer
F-92408 Courbevoie Cedex
FRANCE

Nationalité (nom de l'Etat)

FR

Domicile (nom de l'Etat)

FR

no de téléphone

01 47 68 12 34

no de télécopieur

01 47 68 19 11

no de téléimprimeur

2. Le Bureau international notifie au déposant que le changement indiqué ci-après a été enregistré en ce qui concerne:

☐ la personne ☒ le nom ☒ l'adresse ☐ la nationalité ☐ le domicile

Nom et adresse

RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES
Avenue Ramboz
F-69190 Saint-Fons
FRANCE

Nationalité (nom de l'Etat)

FR

Domicile (nom de l'Etat)

FR

no de téléphone

01 47 68 12 34

no de télécopieur

01 47 68 19 11

no de téléimprimeur

3. Observations complémentaires, le cas échéant:

4. Une copie de cette notification a été envoyée:

☒ à l'office récepteur ☐ aux offices désignés concernés
☐ à l'administration chargée de la recherche internationale ☒ aux offices élus concernés
☒ à l'administration chargée de l'examen préliminaire international ☐ autre destinataire:

Bureau international de l'OMPI
34, chemin des Colombettes
1211 Genève 20, Suisse

no de télécopieur (41-22) 740.14.35

Fonctionnaire autorisé:

Fiona DOHERTY

no de téléphone (41-22) 338.83.38

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

AVIS INFORMANT LE DEPOSANT DE LA
COMMUNICATION DE LA DEMANDE
INTERNATIONALE AUX OFFICES DESIGNES

(règle 47.1.c), première phrase, du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
Rhodia Services
Direction de la Propriété
Industrielle
Centre de Recherches de Lyon
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons
FRANCE

REÇU 12 JAN. 2001

Date d'expédition (jour/mois/année) 04 janvier 2001 (04.01.01)		AVIS IMPORTANT	
Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075			
Demande internationale no PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28 juin 2000 (28.06.00)	Date de priorité (jour/mois/année) 29 juin 1999 (29.06.99)	
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES etc			

1. Il est notifié par la présente qu'à la date indiquée ci-dessus comme date d'expédition de cet avis, le Bureau international a communiqué, comme le prévoit l'article 20, la demande internationale aux offices désignés suivants:

KR,US

Conformément à la règle 47.1.c), troisième phrase, ces offices acceptent le présent avis comme preuve déterminante du fait que la communication de la demande internationale a bien eu lieu à la date d'expédition indiquée plus haut, et le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale à l'office ou aux offices désignés.

2. Les offices désignés suivants ont renoncé à l'exigence selon laquelle cette communication doit être effectuée à cette date:

BR,BY,CA,CN,CZ,EP,ID,IN,JP,PL,RO,RU,SG,SK,UA,VN

La communication sera effectuée seulement sur demande de ces offices. De plus, le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale aux offices en question (règle 49.1)a-bis)).

3. Le présent avis est accompagné d'une copie de la demande internationale publiée par le Bureau international le

04 janvier 2001 (04.01.01) sous le numéro WO 01/00557

RAPPEL CONCERNANT LE CHAPITRE II (article 31.2)a) et règle 54.2)

Si le déposant souhaite reporter l'ouverture de la phase nationale jusqu'à 30 mois (ou plus pour ce qui concerne certains offices) à compter de la date de priorité, la demande d'examen préliminaire international doit être présentée à l'administration compétente chargée de l'examen préliminaire international avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité.

Il appartient exclusivement au déposant de veiller au respect du délai de 19 mois.

Il est à noter que seul un déposant qui est ressortissant d'un Etat contractant du PCT lié par le chapitre II ou qui y a son domicile peut présenter une demande d'examen préliminaire international.

RAPPEL CONCERNANT L'OUVERTURE DE LA PHASE NATIONALE (article 22 ou 39.1))

Si le déposant souhaite que la demande internationale procède en phase nationale, il doit, dans le délai de 20 mois ou de 30 mois, ou plus pour ce qui concerne certains offices, accomplir les actes mentionnés dans ces dispositions auprès de chaque office désigné ou élu.

Pour d'autres informations importantes concernant les délais et les actes à accomplir pour l'ouverture de la phase nationale, voir l'annexe du formulaire PCT/IB/301 (Notification de la réception de l'exemplaire original) et le volume II du Guide du déposant du PCT.

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé J. Zahra no de téléphone (41-22) 338.83.38
---	---

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

RECU 16 MARS 2001

PCT

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

INFORMATIONS RELATIVES AUX
OFFICES ELUS QUI ONT RECU
NOTIFICATION DE LEUR ELECTION

(règle 61.3 du PCT)

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
Rhodia Services
Direction de la Propriété
Industrielle
Centre de Recherches de Lyon
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons
FRANCE

Date d'expédition (jour/mois/année) 09 mars 2001 (09.03.01)		INFORMATION IMPORTANTE	
Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075			
Demande internationale no PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28 juin 2000 (28.06.00)	Date de priorité (jour/mois/année) 29 juin 1999 (29.06.99)	
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES etc			

1. Le déposant est informé que le Bureau international a, conformément à l'article 31.7), notifié à chacun des offices suivants son élection:

EP : AT,BE,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE
National : CA,CN,CZ,JP,KR,PL,RO,RU,SK,US

2. Les offices suivants ont renoncé à l'exigence selon laquelle ils sont notifiés de leur élection; la notification de leur élection leur sera envoyée par le Bureau international seulement à leur demande:

National : BR,BY,ID,IN,SG,UA,VN

3. Il est rappelé au déposant qu'il doit aborder la "phase nationale" auprès de chacun des offices mentionnés ci-dessus avant l'expiration d'un délai de 30 mois à compter de la date de priorité. Pour ce faire, il doit payer la ou les taxes nationales et remettre, si elle est prescrite, une traduction de la demande internationale (article 39.1)a) ainsi que, le cas échéant, une traduction de toute annexe du rapport d'examen préliminaire international (article 36.3)b) et règle 74.1).

Certains offices ont fixé des délais supérieurs au délai mentionné ci-dessus. Pour des renseignements détaillés au sujet des délais applicables et des actes à accomplir à l'ouverture de la phase nationale auprès d'un office donné, voir le volume II du Guide du déposant du PCT.

L'ouverture de la phase régionale européenne est différée jusqu'à l'expiration d'un délai de 31 mois à compter de la date de priorité pour la totalité des Etats désignés aux fins de l'obtention d'un brevet européen.

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé: Kiwa Mpay <i>KMP</i> no de téléphone (41-22) 338.83.38
---	--

X

Expéditeur: L'ADMINISTRATION CHARGÉE DE
L'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

Destinataire:

ESSON, Jean-Pierre
RHODIA SERVICES
Dir. Propriété Industrielle
Centre de Recherches de Lyon
B.P. 62
F-69192 Saint-Fons Cedex
FRANCE

PCT

NOTIFICATION DE TRANSMISSION DU
RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE
INTERNATIONAL
(règle 71.1 du PCT)

Date d'expédition
(jour/mois/année) 17.04.2001

Référence du dossier du déposant ou du mandataire
R99075

NOTIFICATION IMPORTANTE

Demande internationale No.
PCT/FR00/01809

Date du dépôt international (jour/mois/année)
28/06/2000

Date de priorité (jour/mois/année)
29/06/1999

Déposant
RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES

REÇU 19 AVR. 2001

1. Il est notifié au déposant que l'administration chargée de l'examen préliminaire international a établi le rapport d'examen préliminaire international pour la demande internationale et le lui transmet ci-joint, accompagné, le cas échéant, de ces annexes.
2. Une copie du présent rapport et, le cas échéant, de ses annexes est transmise au Bureau international pour communication à tous les offices élus.
3. Si tel ou tel office élu l'exige, le Bureau international établira une traduction en langue anglaise du rapport (à l'exclusion des annexes de celui-ci) et la transmettra aux offices intéressés.


4. RAPPEL

Pour aborder la phase nationale auprès de chaque office élu, le déposant doit accomplir certains actes (dépôt de traduction et paiement des taxes nationales) dans le délai de 30 mois à compter de la date de priorité (ou plus tard pour ce qui concerne certains offices) (article 39.1) (voir aussi le rappel envoyé par le Bureau international dans le formulaire PCT/IB/301).

Lorsqu'une traduction de la demande internationale doit être remise à un office élu, elle doit comporter la traduction de toute annexe du rapport d'examen préliminaire international. Il appartient au déposant d'établir la traduction en question et de la remettre directement à chaque office élu intéressé.

Pour plus de précisions en ce qui concerne les délais applicables et les exigences des offices élus, voir le Volume II du Guide du déposant du PCT.

Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen
préliminaire international

 Office européen des brevets
D-80298 Munich
Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d
Fax: +49 89 2399 - 4465

Fonctionnaire autorisé

Roche, S

Tél. +49 89 2399-8031





TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075		POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28/06/2000	Date de priorité (jour/mois/année) 29/06/1999	
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB C07C51/42			
Déposant RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES			
<p>1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 5 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p><input type="checkbox"/> Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).</p> <p>Ces annexes comprennent feuilles.</p> <p>3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:</p> <ul style="list-style-type: none"> I <input checked="" type="checkbox"/> Base du rapport II <input type="checkbox"/> Priorité III <input type="checkbox"/> Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle IV <input type="checkbox"/> Absence d'unité de l'invention V <input checked="" type="checkbox"/> Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration VI <input type="checkbox"/> Certains documents cités VII <input type="checkbox"/> Irrégularités dans la demande internationale VIII <input type="checkbox"/> Observations relatives à la demande internationale 			
Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 24/01/2001		Date d'achèvement du présent rapport 17.04.2001	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465		Fonctionnaire autorisé Kurlandczyk, A N° de téléphone +49 89 2399 8332 	

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01809

I. Base du rapport

1. En ce qui concerne les **éléments** de la demande internationale (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)*):

Description, pages:

1-4 version initiale

Revendications, N°:

1-8 version initiale

2. En ce qui concerne la **langue**, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- ☐ la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
- ☐ la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
- ☐ la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).

3. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acide aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :

- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences Présenté par écrit, a été fournie.

4. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages :
- ☐ des revendications, n°s :
- ☐ des dessins, feuilles :

**RAPPORT D'EXAMEN
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/01809

5. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

6. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications 1-8
	Non : Revendications
Activité inventive	Oui : Revendications 1-8
	Non : Revendications
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications 1-8
	Non : Revendications

- 2. Citations et explications
voir feuille séparée**

Concernant le point I

Base du rapport

Les pièces suivantes de la demande servent de fondement à l'examen:

Dans la version pour les Etats contractants:

AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IT IE LI LU MC NL PT SE

Description, pages:

1-4 version initiale

Revendications, N°:

1-8 version initiale

Concernant le point V

Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

Le procédé selon la revendication 1 diffère du procédé connu de US 5 471 001 D1 en ce que la dispersion et une agitation des cristaux en milieu liquide ont lieu sur les cristaux recueillis en sortie de cristallisation alors que selon le procédé connu de D1 une agitation ultrasonique est effectuée sur une liqueur-mère contenant de l'acide adipique dissout et des cristaux naissants. Le procédé selon la revendication 1 est nouveau.

Les cristaux obtenus selon le procédé D1 présentent une bonne coulabilité et un faible mottage. Partant de D1 le problème à la base de l'invention est de fournir un autre procédé présentant les mêmes avantages que celui de D1.

Il n'a pas d'indication dans l'état de la technique montrant qu'en effectuant une agitation en milieu liquide de cristaux en sortie de cristallisation au lieu d'une agitation ultrasonique de cristaux naissants on pourrait obtenir une solution de ce problème. Le procédé selon la revendication 1 satisfait donc aux exigences des Art 33(2) et (3) PCT.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01809

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5471001 A	28-11-1995	DE 69511109 D DE 69511109 T EP 0797562 A JP 10510808 T WO 9618597 A	02-09-1999 24-02-2000 01-10-1997 20-10-1998 20-06-1996
US 3123635 A	03-03-1964	NONE	
WO 9835929 A	20-08-1998	DE 19705329 A AU 6296198 A BR 9807326 A CN 1252048 T EP 0968167 A PL 335023 A	13-08-1998 08-09-1998 18-04-2000 03-05-2000 05-01-2000 27-03-2000
FR 1208145 A	22-02-1960	DE 1079620 B GB 899771 A NL 93024 C NL 223106 A US 3096369 A	 02-07-1963
US 3886153 A	27-05-1975	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Démr Internationale No
PCT/FR 00/01809

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C07C51/42 C07C51/47 C07C55/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C07C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 471 001 A (ANDERSON H W ET AL) 28 novembre 1995 (1995-11-28) cité dans la demande * le document en entier, en particulier colonne 2, lignes 44-50 *	1-8
A	US 3 123 635 A (PINTAURO N D ET AL) 3 mars 1964 (1964-03-03) le document en entier	1
A	WO 98 35929 A (BASF AKTIENGESSELLSCHAFT) 20 août 1998 (1998-08-20) le document en entier	1
A	FR 1 208 145 A (STAMICARBON N.V.) 22 février 1960 (1960-02-22) le document en entier	1
	--- -/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Allard, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dema Internationale No

PCT/FR 00/01809

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>US 3 886 153 A (BERKOWITZ S) 27 mai 1975 (1975-05-27) le document en entier</p>	<p>1</p>

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
4 janvier 2001 (04.01.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/00557 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷: C07C 51/42,
51/47, 55/14

(74) Mandataire: ESSON, Jean-Pierre; Rhodia Services, Di-
rection de la Propriété Industrielle, Centre de Recherches
de Lyon, B.P. 62, F-69192 Saint-Fons (FR).

(21) Numéro de la demande internationale:

PCT/FR00/01809

(81) États désignés (*national*): BR, BY, CA, CN, CZ, ID, IN,
JP, KR, PL, RO, RU, SG, SK, UA, US, VN.

(22) Date de dépôt international: 28 juin 2000 (28.06.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(84) États désignés (*régional*): brevet européen (AT, BE, CH,
CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,
SE).

(26) Langue de publication: français

Publiée:

- Avec rapport de recherche internationale.
- Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont
reçues.

(30) Données relatives à la priorité:
99/08591 29 juin 1999 (29.06.1999) FR

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*): RHO-
DIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES [FR/FR];
25, quai Paul Doumer, F-92408 Courbevoie Cedex (FR).

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.*

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*): FELIX, Al-
bert [FR/FR]; 79, rue du 8 Mai 1945, F-69100 Villeur-
banne (FR). ROQUES, Yves [FR/FR]; 9, rue d'Hanoi,
F-69100 Villeurbanne (FR).

(54) Title: METHOD FOR MAKING ADIPIC ACID

(54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION D'ACIDE ADIPIQUE

(57) Abstract: The invention concerns a method for making adipic acid, more particularly adipic acid crystals. More precisely, it concerns a method for treating adipic acid crystals derived from crystallisation which consists in dispersing the adipic acid crystals collected at the output of crystallisation in a liquid medium, stirring said liquid medium, then separating said crystals and optionally drying them. The shape of the crystals is modified to obtain pebbles with substantially smooth surface.

(57) Abrégé: La présente invention concerne un procédé de fabrication d'acide adipique, plus particulièrement de cristaux d'acide adipique. Elle est relative plus concrètement à un procédé de traitement des cristaux d'acide adipique obtenus en sortie de cristallisation consistant à disperser les cristaux d'acide adipique recueillis en sortie de cristallisation dans un milieu liquide, en agitant ledit milieu liquide puis à séparer lesdits cristaux dudit milieu liquide et éventuellement les sécher. La forme des cristaux est modifiée pour obtenir des galets de surface sensiblement lisse.

WO 01/00557 A1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 00/01809

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C07C51/42 C07C51/47 C07C55/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 471 001 A (ANDERSON H W ET AL) 28 November 1995 (1995-11-28) cited in the application * the whole document, in particular column 2, lines 44-50 *	1-8
A	US 3 123 635 A (PINTAURO N D ET AL) 3 March 1964 (1964-03-03) the whole document	1
A	WO 98 35929 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT) 20 August 1998 (1998-08-20) the whole document	1
A	FR 1 208 145 A (STAMICARBON N.V.) 22 February 1960 (1960-02-22) the whole document	1
-/-		

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 October 2000

Date of mailing of the international search report

24/10/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Allard, M

PROCEDE DE FABRICATION D'ACIDE ADIPIQUE

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'acide adipique, plus particulièrement de cristaux d'acide adipique.

5 Elle est relative plus concrètement à un procédé de traitement des cristaux d'acide adipique obtenus en sortie de cristallisation.

L'acide adipique est un grand produit intermédiaire, notamment dans le domaine des polymères et plus particulièrement du polyamide et dans la synthèse des polyuréthanes.

10 L'acide adipique est en général synthétisé par oxydation par l'acide nitrique d'un mélange cyclohexanone/cyclohexanol en présence de catalyseurs d'oxydation comme le vanadium et le cuivre.

L'acide adipique est récupéré et purifié par des opérations successives de cristallisation.

15 Au cours de ces opérations, l'acide adipique est notamment séparé des autres acides dicarboxyliques formés comme l'acide glutarique, l'acide succinique.

Les cristaux d'acide adipique produits en sortie de cristallisation sont généralement de forme oblongue et de surface très irrégulière.

20 L'acide adipique est généralement stocké dans des fûts ou containers de grandes dimensions et éventuellement transporté sur le lieu de son utilisation par exemple les installations de fabrication de polyamide ou de sel adipate d'hexaméthylène diamine.

Au cours de ce stockage et éventuellement transport, il se produit souvent un mottage, c'est-à-dire un collage de plusieurs cristaux entre eux. Ce phénomène est très pénalisant car il diminue fortement la coulabilité de l'acide adipique lors de l'alimentation
25 des cristaux dans les installations par exemple de polymérisation.

Le brevet US 5 471 001 propose un procédé particulier de cristallisation de l'acide adipique avec utilisation d'ultra-sons. Les cristaux obtenus présentent une meilleure coulabilité et une faculté de "mottage" plus faible au cours du stockage et du transport.

30 Un des buts de la présente invention est de proposer un procédé permettant la fabrication de cristaux d'acide adipique présentant une forme et un état de surface particuliers pour obtenir une bonne coulabilité lors du chargement ou du déchargement, ou plus généralement du transport de ces cristaux, et une faculté de "mottage" diminuée.

A cet effet, l'invention propose un procédé de fabrication de cristaux d'acide adipique consistant à traiter les cristaux obtenus après cristallisation selon un procédé
35 comprenant les étapes de disperser lesdits cristaux dans un milieu liquide, d'agiter ledit milieu liquide pendant une durée déterminée pour obtenir la forme et l'état de surface des cristaux désirés, puis à séparer lesdits cristaux traités dudit milieu liquide.

Selon une autre caractéristique de l'invention le milieu liquide est de préférence de l'eau ou un mélange eau/acide acétique en toutes proportions.

Les conditions de température pour la mise en œuvre de ce traitement, et notamment pendant l'étape d'agitation du milieu liquide ne sont pas critiques.

5 Toutefois, il est préférable que dans le domaine de température choisi, la solubilité de l'acide adipique dans le milieu liquide reste faible, par exemple à une valeur inférieure à, environ, 2 g/l à 20°C. Le domaine de température préféré de l'invention est compris entre 20°C à 70°C, avantageusement entre 20°C et 60°C.

10 Dans certains cas, il pourra être avantageux de refroidir le milieu liquide à une température inférieure à 20°C, avant de séparer les cristaux dudit milieu liquide.

De même, la puissance de l'agitation devra être suffisante pour éviter des gradients de concentration trop importants en acide adipique ou autres composés contenus dans le milieu. Toutefois, cette puissance ne devra pas être trop élevée pour éviter de casser les cristaux.

15 Selon une nouvelle caractéristique de l'invention, la concentration pondérale en cristaux d'acide adipique dans le milieu liquide est supérieure à 5 % (rapport masse solide/ masse solide + masse liquide) et avantageusement entre 5 % et 60 % en poids.

20 La concentration en cristaux peut avoir une influence sur le résultat du traitement. En effet, plus le nombre de cristaux est important, plus l'effet de lissage de la surface de ceux-ci pourra être important. Toutefois, une concentration trop élevée peut être néfaste au procédé car elle ne permettra pas d'obtenir un effet de lissage correct, et peut entraîner une agglomération de cristaux entre eux.

25 Selon l'invention, il est préférable que les cristaux d'acide adipique destinés à être dispersés présentent une taille moyenne comprise entre 100 µm et 1000 µm, avantageusement entre 200 et 700 µm.

Ces cristaux peuvent être soumis à un broyage préalable, si leur taille moyenne après cristallisation est trop élevée.

Après traitement selon le procédé, les cristaux ont une taille moyenne comprise entre 50 µm et 1000 µm environ.

30 Toutefois, les tailles moyennes précisées ci-dessus ne sont indiquées qu'à titre d'illustration et correspondent aux domaines préférentiels. Le procédé de l'invention peut également s'appliquer à des cristaux de taille moyenne inférieure ou supérieure.

35 Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le traitement des cristaux est obtenu par mise en mouvement du milieu liquide. Cette mise en mouvement du milieu liquide peut être une agitation de celui-ci réalisée par un ou plusieurs agitateurs présentant des formes de mobil variées et classiquement utilisées dans le domaine de l'agitation des suspensions.

Pour améliorer l'effet du traitement, des chicanes peuvent être disposées dans le réacteur contenant le milieu liquide.

Cette mise en mouvement du milieu liquide peut également être obtenue par une mise en rotation du milieu liquide dans un dispositif du type essoreuse ou centrifugeuse.

5 Enfin de manière générale, l'invention comprend tous les moyens et dispositifs capables de mettre en mouvement un liquide dans un réacteur ou une cuve. En effet, d'autres installations ou dispositifs que ceux décrits ci-dessus pourraient être utilisés sans sortir pour cela du cadre de l'invention.

10 Par ailleurs, le procédé de l'invention permet accessoirement de réaliser un lavage des cristaux d'acide adipique. Ainsi, la teneur en acide nitrique est fortement diminuée.

Les cristaux d'acide adipique traités selon le procédé de l'invention présente une forme de galet à surface lisse. Les galets ont des formes variées, notamment oblongues ne présentant aucune arête vive.

15 Les cristaux ainsi traités présentent une faible tendance au mottage. En outre, leur forme sans arête vive et leur surface lisse permettant d'obtenir un déplacement aisé d'un agglomérat par rapport à l'autre quand ils sont isolés du milieu liquide et séchés.

De ce fait, les cristaux d'acide adipique obtenus par le procédé de l'invention présentent une excellente coulabilité et une très faible faculté de mottage.

20 Il est donc possible de stocker et transporter ces produits pendant des durées longues et dans des conditions d'atmosphère non contrôlées.

Le remplissage des containers de stockage et de transport est aisé ainsi que le déstockage ou l'alimentation dans des réacteurs.

L'invention sera mieux illustrée au vu des exemples ci-dessous donnés uniquement à titre indicatif et en référence aux figures annexées dans lesquelles :

25 - la figure 1 représente une vue réalisée au microscope à balayage électronique avec un facteur de grossissement de 20, d'un échantillon de cristaux d'acide adipique non traité par le procédé de l'invention, et

30 - la figure 2 représente une vue réalisée au microscope à balayage électronique avec un facteur de grossissement de 20 d'un échantillon des cristaux représentés à la figure 1 après traitement par le procédé de l'invention.

35 Des cristaux d'acide adipique obtenus par cristallisation à partir d'une solution aqueuse d'acide adipique ont une taille moyenne de 600 μm . La forme de ces cristaux est illustrée à la figure 1. Ces cristaux forment des blocs de forme oblongue présentant une surface très irrégulière comprenant des petits grains collés ou agglomérés en surface et de nombreuses fissures ou cavités. 200 g de cristaux sont dispersés dans 330 g d'eau contenue dans une cuve équipée d'un agitateur. La concentration des cristaux dans le milieu liquide est de 40 % en poids.

Le mélange est maintenu sous agitation pendant une heure à une température de 25°C.

Après filtration et séchage en lit fluidisé à 100°C pendant une heure, les cristaux d'acide adipique obtenus présentent une taille moyenne de 600 µm.

5 L'aspect de ces cristaux, illustré par la figure 2, démontre clairement l'effet du procédé de l'invention. En effet, les cristaux ont toujours une forme de galet oblongue, mais leur surface est lisse avec peu de particules collées.

Après un stockage des cristaux dans un emballage classique pendant plusieurs jours dans une atmosphère normale, leur alimentation dans un réacteur n'a posé aucun
10 problème. Aucune agglomération ou mottage n'a été constaté.

REVENDICATIONS

1 - Procédé de fabrication de cristaux d'acide adipique à partir d'acide adipique obtenu par cristallisation caractérisé en ce qu'il consiste à disperser les cristaux d'acide adipique recueillis en sortie de cristallisation dans un milieu liquide, en agitant ledit milieu liquide puis à séparer lesdits cristaux dudit milieu liquide.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le milieu liquide est de l'eau ou un mélange eau/acide acétique.

3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la température du milieu liquide est comprise entre 20°C et 70°C.

4 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la concentration pondérale en acide adipique dans le milieu liquide est supérieure ou égale à 5 %.

5 - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la concentration pondérale en acide adipique dans le milieu liquide est comprise entre 5 % et 60 %.

6 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux d'acide adipique avant dispersion ont une taille moyenne comprise entre 100 μm et 1000 μm .

7 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux séparés de la dispersion ont une taille comprise entre 50 μm et 1000 μm .

8 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le milieu liquide est refroidi avant la séparation des cristaux traités.

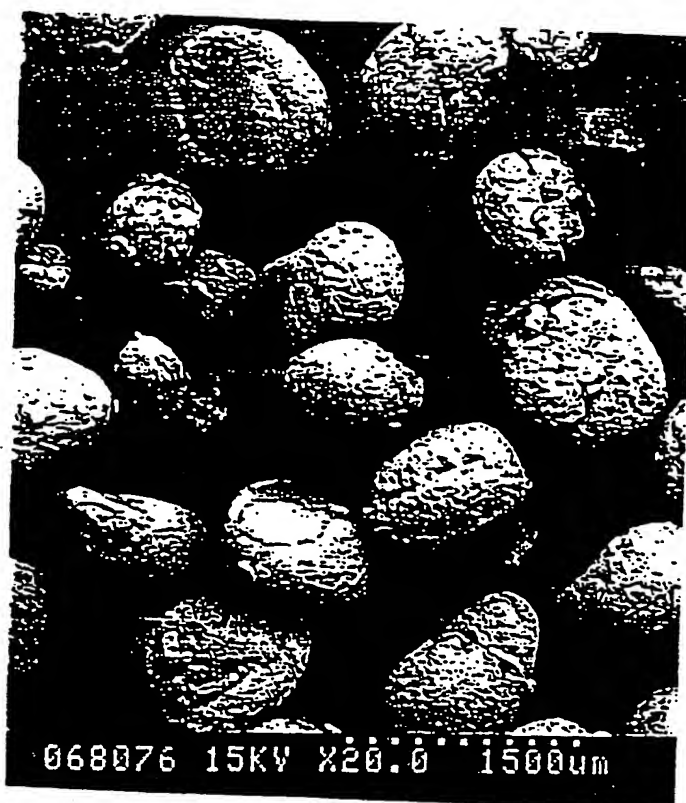


Fig. 1

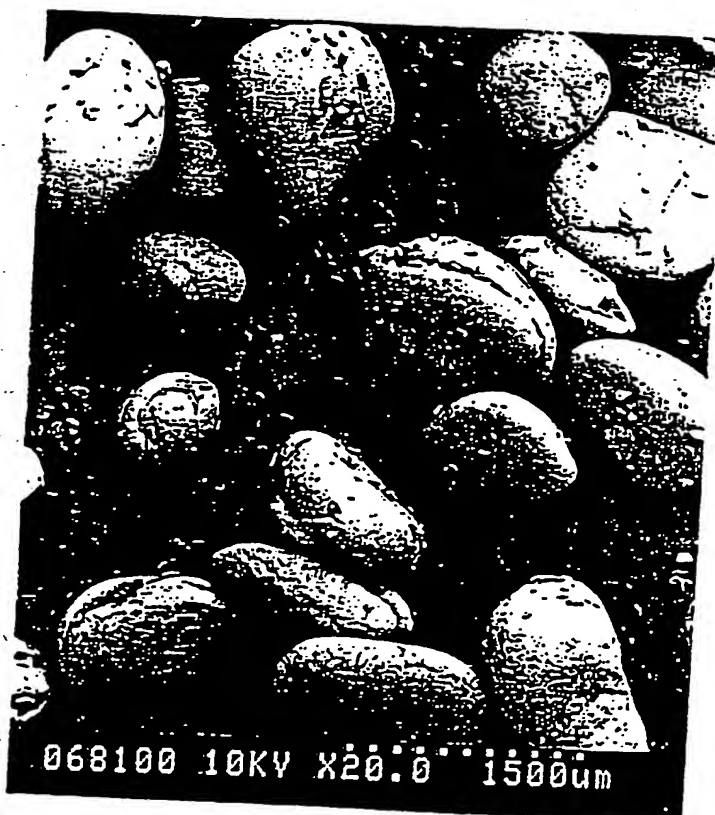


Fig. 2

TRAITÉ DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS

PCT

19 APR 2001

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)



15

Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR00/01809	Date du dépôt international (jour/mois/année) 28/06/2000	Date de priorité (jour/mois/année) 29/06/1999
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB C07C51/42		
Déposant RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES		

- Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.
- Ce RAPPORT comprend 5 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.
 - ☐ Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).

Ces annexes comprennent feuilles.

- Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:
 - I ☒ Base du rapport
 - II ☐ Priorité
 - III ☐ Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
 - IV ☐ Absence d'unité de l'invention
 - V ☒ Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
 - VI ☐ Certains documents cités
 - VII ☐ Irrégularités dans la demande internationale
 - VIII ☐ Observations relatives à la demande internationale

Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 24/01/2001	Date d'achèvement du présent rapport 17.04.2001
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Fonctionnaire autorisé Kurlandczyk, A N° de téléphone +49 89 2399 8332 

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01809

I. Base du rapport

1. En ce qui concerne les **éléments** de la demande internationale (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)*):

Description, pages:

1-4 version initiale

Revendications, N°:

1-8 version initiale

2. En ce qui concerne la **langue**, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- ☐ la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
 - ☐ la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
 - ☐ la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).
3. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acide aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :
- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
 - ☐ déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
 - ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
 - ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
 - ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
 - ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences Présenté par écrit, a été fournie.
4. Les modifications ont entraîné l'annulation :
- ☐ de la description, pages :
 - ☐ des revendications, n°s :
 - ☐ des dessins, feuilles :

**RAPPORT D'EXAMEN
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/01809

5. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

6. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications 1-8
	Non : Revendications
Activité inventive	Oui : Revendications 1-8
	Non : Revendications
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications 1-8
	Non : Revendications

2. Citations et explications
voir feuille séparée

Concernant le point I

Base du rapport

Les pièces suivantes de la demande servent de fondement à l'examen:

Dans la version pour les Etats contractants:

AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IT IE LI LU MC NL PT SE

Description, pages:

1-4 version initiale

Revendications, N°:

1-8 version initiale

Concernant le point V

Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

Le procédé selon la revendication 1 diffère du procédé connu de US 5 471 001 D1 en ce que la dispersion et une agitation des cristaux en milieu liquide ont lieu sur les cristaux recueillis en sortie de cristallisation alors que selon le procédé connu de D1 une agitation ultrasonique est effectuée sur une liqueur-mère contenant de l'acide adipique dissout et des cristaux naissants. Le procédé selon la revendication 1 est nouveau.

Les cristaux obtenus selon le procédé D1 présentent une bonne coulabilité et un faible mottage. Partant de D1 le problème à la base de l'invention est de fournir un autre procédé présentant les mêmes avantages que celui de D1.

Il n'a pas d'indication dans l'état de la technique montrant qu'en effectuant une agitation en milieu liquide de cristaux en sortie de cristallisation au lieu d'une agitation ultrasonique de cristaux naissants on pourrait obtenir une solution de ce problème. Le procédé selon la revendication 1 satisfait donc aux exigences des Art 33(2) et (3) PCT.

RAPPORT D'EXAMEN

Demande internationale n° PCT/FR00/01809

PRELIMINAIRE INTERNATIONAL - FEUILLE SEPAREE

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dém. Internationale No
PCT/FR 00/01809

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C07C51/42 C07C51/47 C07C55/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C07C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 471 001 A (ANDERSON H W ET AL) 28 novembre 1995 (1995-11-28) cité dans la demande * le document en entier, en particulier colonne 2, lignes 44-50 *	1-8
A	US 3 123 635 A (PINTAURO N D ET AL) 3 mars 1964 (1964-03-03) le document en entier	1
A	WO 98 35929 A (BASF AKTIENGESSELLSCHAFT) 20 août 1998 (1998-08-20) le document en entier	1
A	FR 1 208 145 A (STAMICARBON N.V.) 22 février 1960 (1960-02-22) le document en entier	1
	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk

Fonctionnaire autorisé

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat'l Application No
PCT/FR 00/01809

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 886 153 A (BERKOWITZ S) 27 May 1975 (1975-05-27) the whole document -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern: 1st Application No

PCT/FR 00/01809

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5471001	A	28-11-1995	DE 69511109 D DE 69511109 T EP 0797562 A JP 10510808 T WO 9618597 A	02-09-1999 24-02-2000 01-10-1997 20-10-1998 20-06-1996
US 3123635	A	03-03-1964	NONE	
WO 9835929	A	20-08-1998	DE 19705329 A AU 6296198 A BR 9807326 A CN 1252048 T EP 0968167 A PL 335023 A	13-08-1998 08-09-1998 18-04-2000 03-05-2000 05-01-2000 27-03-2000
FR 1208145	A	22-02-1960	DE 1079620 B GB 899771 A NL 93024 C NL 223106 A US 3096369 A	02-07-1963
US 3886153	A	27-05-1975	NONE	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat'l Application No

PCT/FR 00/01809

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C07C51/42 C07C51/47 C07C55/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 471 001 A (ANDERSON H W ET AL) 28 November 1995 (1995-11-28). cited in the application * the whole document, in particular column 2, lines 44-50 *	1-8
A	US 3 123 635 A (PINTAURO N D ET AL) 3 March 1964 (1964-03-03) the whole document	1
A	WO 98 35929 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT) 20 August 1998 (1998-08-20) the whole document	1
A	FR 1 208 145 A (STAMICARBON N.V.) 22 February 1960 (1960-02-22) the whole document	1
	-/-	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 October 2000

Date of mailing of the international search report

24/10/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Allard, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dema Internationale No

PCT/FR 00/01809

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5471001 A	28-11-1995	DE 69511109 D DE 69511109 T EP 0797562 A JP 10510808 T WO 9618597 A	02-09-1999 24-02-2000 01-10-1997 20-10-1998 20-06-1996
US 3123635 A	03-03-1964	AUCUN	
WO 9835929 A	20-08-1998	DE 19705329 A AU 6296198 A BR 9807326 A CN 1252048 T EP 0968167 A PL 335023 A	13-08-1998 08-09-1998 18-04-2000 03-05-2000 05-01-2000 27-03-2000
FR 1208145 A	22-02-1960	DE 1079620 B GB 899771 A NL 93024 C NL 223106 A US 3096369 A	02-07-1963
US 3886153 A	27-05-1975	AUCUN	

TRAITE DE OPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire R99075	POUR SUITE voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après A DONNER	
Demande internationale n° PCT/FR 00/ 01809	Date du dépôt international(jour/mois/année) 28/06/2000	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) 29/06/1999
Déposant RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 3 feuilles.

☒ Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

1. Base du rapport

- a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.
- ☐ la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.
- b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :
- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).
3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le titre,

- ☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.
- ☐ Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'abrégé,

- ☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant
- ☐ le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure des dessins à publier avec l'abrégé est la Figure n°

- ☐ suggérée par le déposant.
- ☐ parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.
- ☐ parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

☒ Aucune des figures n'est à publier.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

mande Internationale No

CT/FR 00/01809

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 C07C51/42 C07C51/47 C07C55/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C07C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 471 001 A (ANDERSON H W ET AL) 28 novembre 1995 (1995-11-28) cité dans la demande * le document en entier, en particulier colonne 2, lignes 44-50 *	1-8
A	US 3 123 635 A (PINTAURO N D ET AL) 3 mars 1964 (1964-03-03) le document en entier	1
A	W0 98 35929 A (BASF AKTIENGESellschaft) 20 août 1998 (1998-08-20) le document en entier	1
A	FR 1 208 145 A (STAMICARBON N.V.) 22 février 1960 (1960-02-22) le document en entier	1
	-/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Allard, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Requête Internationale No
PCT/FR 00/01809

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>US 3 886 153 A (BERKOWITZ S) 27 mai 1975 (1975-05-27) le document en entier -----</p>	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01809

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5471001	A	28-11-1995	DE 69511109 D DE 69511109 T EP 0797562 A JP 10510808 T WO 9618597 A	02-09-1999 24-02-2000 01-10-1997 20-10-1998 20-06-1996
US 3123635	A	03-03-1964	NONE	
WO 9835929	A	20-08-1998	DE 19705329 A AU 6296198 A BR 9807326 A CN 1252048 T EP 0968167 A PL 335023 A	13-08-1998 08-09-1998 18-04-2000 03-05-2000 05-01-2000 27-03-2000
FR 1208145	A	22-02-1960	DE 1079620 B GB 899771 A NL 93024 C NL 223106 A US 3096369 A	 02-07-1963
US 3886153	A	27-05-1975	NONE	

101018814

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference R99075	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/FR00/01809	International filing date (day/month/year) 28 June 2000 (28.06.00)	Priority date (day/month/year) 29 June 1999 (29.06.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C07C 51/42		
Applicant RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>5</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of _____ sheets.</p>	
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>	

Date of submission of the demand 24 January 2001 (24.01.01)	Date of completion of this report 17 April 2001 (17.04.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR00/01809

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:
pages _____ 1-4 _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☒ the claims:
pages _____ 1-8 _____, as originally filed
pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the drawings:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR 00/01809

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-8	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-8	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-8	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

The method according to Claim 1 differs from the method known from US-A-5 471 001 (D1) in that the dispersion and stirring of the crystals in a liquid medium are carried out on the crystals collected after crystallization, whereas according to the method known from D1, an ultrasonic stirring is carried out on a mother liquor containing dissolved adipic acid and nascent crystals. The method according to Claim 1 is novel.

The crystals obtained according to the method of D1 have good flowability and a low tendency to cake. In light of D1, the problem addressed by the invention is to provide another method that has the same advantages as that of D1. There is nothing in the prior art to suggest that a solution to said problem could be obtained by stirring the crystals in a liquid medium after crystallization instead of carrying out ultrasonic stirring of nascent crystals. The method according to Claim 1 therefore meets the requirements of PCT Article 33(2) and (3).

PROCEDE DE FABRICATION D'ACIDE ADIPIQUE

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'acide adipique, plus particulièrement de cristaux d'acide adipique.

5 Elle est relative plus concrètement à un procédé de traitement des cristaux d'acide adipique obtenus en sortie de cristallisation.

L'acide adipique est un grand produit intermédiaire, notamment dans le domaine des polymères et plus particulièrement du polyamide et dans la synthèse des polyuréthanes.

10 L'acide adipique est en général synthétisé par oxydation par l'acide nitrique d'un mélange cyclohexanone/cyclohexanol en présence de catalyseurs d'oxydation comme le vanadium et le cuivre.

L'acide adipique est récupéré et purifié par des opérations successives de cristallisation.

15 Au cours de ces opérations, l'acide adipique est notamment séparé des autres acides dicarboxyliques formés comme l'acide glutarique, l'acide succinique.

Les cristaux d'acide adipique produits en sortie de cristallisation sont généralement de forme oblongue et de surface très irrégulière.

20 L'acide adipique est généralement stocké dans des fûts ou containers de grandes dimensions et éventuellement transporté sur le lieu de son utilisation par exemple les installations de fabrication de polyamide ou de sel adipate d'hexaméthylène diamine.

25 Au cours de ce stockage et éventuellement transport, il se produit souvent un mottage, c'est-à-dire un collage de plusieurs cristaux entre eux. Ce phénomène est très pénalisant car il diminue fortement la coulabilité de l'acide adipique lors de l'alimentation des cristaux dans les installations par exemple de polymérisation.

Le brevet US 5 471 001 propose un procédé particulier de cristallisation de l'acide adipique avec utilisation d'ultra-sons. Les cristaux obtenus présentent une meilleure coulabilité et une faculté de "mottage" plus faible au cours du stockage et du transport.

30 Un des buts de la présente invention est de proposer un procédé permettant la fabrication de cristaux d'acide adipique présentant une forme et un état de surface particuliers pour obtenir une bonne coulabilité lors du chargement ou du déchargement, ou plus généralement du transport de ces cristaux, et une faculté de "mottage" diminuée.

35 A cet effet, l'invention propose un procédé de fabrication de cristaux d'acide adipique consistant à traiter les cristaux obtenus après cristallisation selon un procédé comprenant les étapes de disperser lesdits cristaux dans un milieu liquide, d'agiter ledit milieu liquide pendant une durée déterminée pour obtenir la forme et l'état de surface des cristaux désirés, puis à séparer lesdits cristaux traités dudit milieu liquide.

Selon une autre caractéristique de l'invention le milieu liquide est de préférence de l'eau ou un mélange eau/acide acétique en toutes proportions.

Les conditions de température pour la mise en œuvre de ce traitement, et notamment pendant l'étape d'agitation du milieu liquide ne sont pas critiques.

- 5 Toutefois, il est préférable que dans le domaine de température choisi, la solubilité de l'acide adipique dans le milieu liquide reste faible, par exemple à une valeur inférieure à, environ, 2 g/l à 20°C. Le domaine de température préféré de l'invention est compris entre 20°C à 70°C, avantageusement entre 20°C et 60°C.

- 10 Dans certains cas, il pourra être avantageux de refroidir le milieu liquide à une température inférieure à 20°C, avant de séparer les cristaux dudit milieu liquide.

De même, la puissance de l'agitation devra être suffisante pour éviter des gradients de concentration trop importants en acide adipique ou autres composés contenus dans le milieu. Toutefois, cette puissance ne devra pas être trop élevée pour éviter de casser les cristaux.

- 15 Selon une nouvelle caractéristique de l'invention, la concentration pondérale en cristaux d'acide adipique dans le milieu liquide est supérieure à 5 % (rapport masse solide/ masse solide + masse liquide) et avantageusement entre 5 % et 60 % en poids.

- 20 La concentration en cristaux peut avoir une influence sur le résultat du traitement. En effet, plus le nombre de cristaux est important, plus l'effet de lissage de la surface de ceux-ci pourra être important. Toutefois, une concentration trop élevée peut être néfaste au procédé car elle ne permettra pas d'obtenir un effet de lissage correct, et peut entraîner une agglomération de cristaux entre eux.

- 25 Selon l'invention, il est préférable que les cristaux d'acide adipique destinés à être dispersés présentent une taille moyenne comprise entre 100 µm et 1000 µm, avantageusement entre 200 et 700 µm.

Ces cristaux peuvent être soumis à un broyage préalable, si leur taille moyenne après cristallisation est trop élevée.

Après traitement selon le procédé, les cristaux ont une taille moyenne comprise entre 50 µm et 1000 µm environ.

- 30 Toutefois, les tailles moyennes précisées ci-dessus ne sont indiquées qu'à titre d'illustration et correspondent aux domaines préférentiels. Le procédé de l'invention peut également s'appliquer à des cristaux de taille moyenne inférieure ou supérieure.

- 35 Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le traitement des cristaux est obtenu par mise en mouvement du milieu liquide. Cette mise en mouvement du milieu liquide peut être une agitation de celui-ci réalisée par un ou plusieurs agitateurs présentant des formes de mobile variées et classiquement utilisées dans le domaine de l'agitation des suspensions.

Pour améliorer l'effet du traitement, des chicanes peuvent être disposées dans le réacteur contenant le milieu liquide.

Cette mise en mouvement du milieu liquide peut également être obtenue par une mise en rotation du milieu liquide dans un dispositif du type essoreuse ou centrifugeuse.

5 Enfin de manière générale, l'invention comprend tous les moyens et dispositifs capables de mettre en mouvement un liquide dans un réacteur ou une cuve. En effet, d'autres installations ou dispositifs que ceux décrits ci-dessus pourraient être utilisés sans sortir pour cela du cadre de l'invention.

10 Par ailleurs, le procédé de l'invention permet accessoirement de réaliser un lavage des cristaux d'acide adipique. Ainsi, la teneur en acide nitrique est fortement diminuée.

Les cristaux d'acide adipique traités selon le procédé de l'invention présente une forme de galet à surface lisse. Les galets ont des formes variées, notamment oblongues ne présentant aucune arête vive.

15 Les cristaux ainsi traités présentent une faible tendance au mottage. En outre, leur forme sans arête vive et leur surface lisse permettant d'obtenir un déplacement aisé d'un agglomérat par rapport à l'autre quand ils sont isolés du milieu liquide et séchés.

De ce fait, les cristaux d'acide adipique obtenus par le procédé de l'invention présentent une excellente coulabilité et une très faible faculté de mottage.

20 Il est donc possible de stocker et transporter ces produits pendant des durées longues et dans des conditions d'atmosphère non contrôlées.

Le remplissage des containers de stockage et de transport est aisé ainsi que le déstockage ou l'alimentation dans des réacteurs.

L'invention sera mieux illustrée au vu des exemples ci-dessous donnés uniquement à titre indicatif et en référence aux figures annexées dans lesquelles :

25 - la figure 1 représente une vue réalisée au microscope à balayage électronique avec un facteur de grossissement de 20, d'un échantillon de cristaux d'acide adipique non traité par le procédé de l'invention, et

- la figure 2 représente une vue réalisée au microscope à balayage électronique avec un facteur de grossissement de 20 d'un échantillon des cristaux représentés à la figure 1 après traitement par le procédé de l'invention.

30 Des cristaux d'acide adipique obtenus par cristallisation à partir d'une solution aqueuse d'acide adipique ont une taille moyenne de 600 μm . La forme de ces cristaux est illustrée à la figure 1. Ces cristaux forment des blocs de forme oblongue présentant une surface très irrégulière comprenant des petits grains collés ou agglomérés en surface et de nombreuses fissures ou cavités. 200 g de cristaux sont dispersés dans 330 g d'eau contenue dans une cuve équipée d'un agitateur. La concentration des cristaux dans le milieu liquide est de 40 % en poids.

Le mélange est maintenu sous agitation pendant une heure à une température de 25°C.

Après filtration et séchage en lit fluidisé à 100°C pendant une heure, les cristaux d'acide adipique obtenus présentent une taille moyenne de 600 μm .

5 L'aspect de ces cristaux, illustré par la figure 2, démontre clairement l'effet du procédé de l'invention. En effet, les cristaux ont toujours une forme de galet oblongue, mais leur surface est lisse avec peu de particules collées.

Après un stockage des cristaux dans un emballage classique pendant plusieurs jours dans une atmosphère normale, leur alimentation dans un réacteur n'a posé aucun
10 problème. Aucune agglomération ou mottage n'a été constaté.

REVENDEICATIONS

1 - Procédé de fabrication de cristaux d'acide adipique à partir d'acide adipique obtenu par cristallisation caractérisé en ce qu'il consiste à disperser les cristaux d'acide adipique recueillis en sortie de cristallisation dans un milieu liquide, en agitant ledit milieu liquide puis à séparer lesdits cristaux dudit milieu liquide.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le milieu liquide est de l'eau ou un mélange eau/acide acétique.

3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la température du milieu liquide est comprise entre 20°C et 70°C.

4 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la concentration pondérale en acide adipique dans le milieu liquide est supérieure ou égale à 5 %.

5 - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la concentration pondérale en acide adipique dans le milieu liquide est comprise entre 5 % et 60 %.

6 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux d'acide adipique avant dispersion ont une taille moyenne comprise entre 100 μm et 1000 μm .

7 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux séparés de la dispersion ont une taille comprise entre 50 μm et 1000 μm .

8 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le milieu liquide est refroidi avant la séparation des cristaux traités.

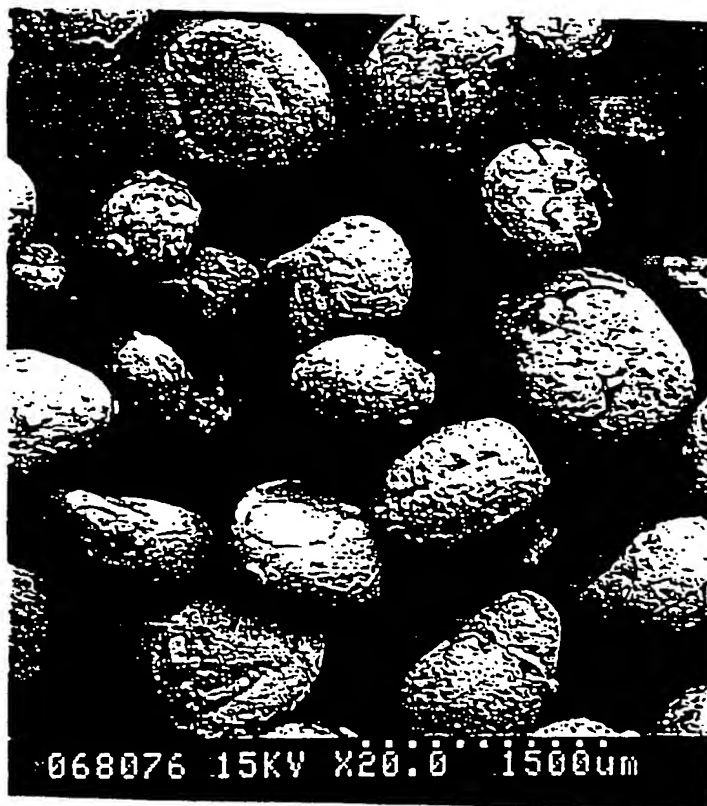


Fig. 1

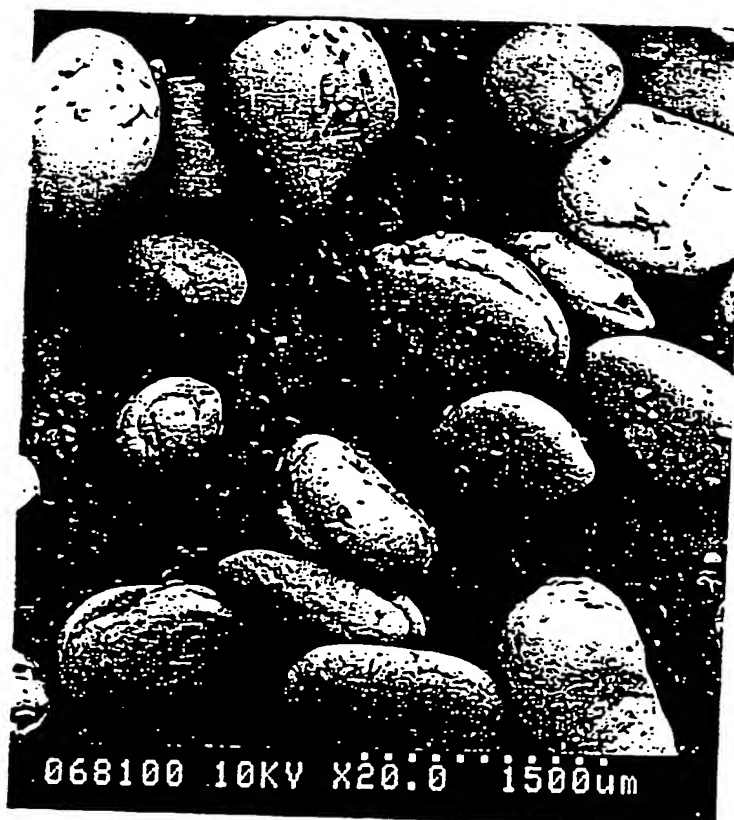


Fig. 2